

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-208448

(43) 公開日 平成8年(1996)8月13日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 6 1 K 7/13

審査請求 未請求 請求項の数5 F D (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平7-32926

(22) 出願日 平成7年(1995)1月31日

(71) 出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者 西田 勇一

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 吉本 恵

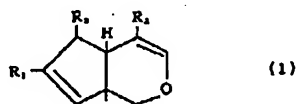
東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 池浦 敏明 (外1名)

(54) 【発明の名称】 染毛剤組成物

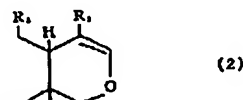
(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 染毛性、カール保持性、シャンプー堅牢性及び無損傷性に優れ、しかも損傷毛髪を簡便に修復させ得る染毛剤組成物及び損傷毛髪の修復処理剤組成物を提供する。



【式中、 R_1 は、 $-H$ 、 $-CH_2F_3$ 、 $-OEtOOH$ 、 $-COOA_1$ (A_1 : アルキル基)、 $-COOM$ (M : 塩形成性陽イオン)、 $-COA_2$ (A_2 : アルキル基)、 $-CF_3$ 又はハロゲンを示し、 R_2 及び R_3 は、 $-H$ 又は $-$

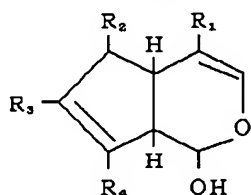
【構成】 一般式 (1) のイリド化合物及び一般式 (2) のセコイリド化合物の中から選ばれる少なくとも1種のイリド系化合物と、アミノ酸、及びアルコール類からなり、 $PH6.5 \sim 10.0$ であることを特徴とする一剤型、または二剤型染毛剤組成物。



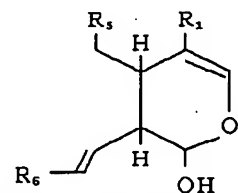
OH を示し、 CH_4 は、 $-CH_3$ 又は $-CH_2OH$ を示し、 R_5 は、 $-CH_3$ 、 $-CHO$ 又は $-COOH$ を示し、 R_6 は、 $-H$ 又は $-COOA_1$ を示す]

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(1)で表わされるイリドイ
ド化合物及び下記一般式(2)で表わされるセコイリ
ド化合物の中から選ばれる少なくとも1種のイリドイ

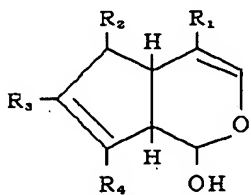


【式中、R₁は、-H、-CH₃、-COOH、-COO
A₁ (A₁: アルキル基)、-COOM (M: 塩形成性陽
イオン)、-COA₂ (A₂: アルキル基)、-CF₃又

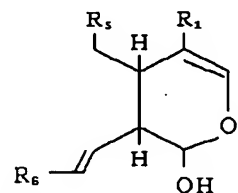


【式中、R₁は、-H、-CH₃、-COOH、-COO
A₁ (A₁: アルキル基)、-COOM (M: 塩形成性陽
イオン)、-COA₂ (A₂: アルキル基)、-CF₃又
はハロゲンを示し、R₅は、-CH₃、-CHO又は-C
OOHを示し、R₆は、-H又は-COOA₁を示す]

【請求項2】 アミノ酸を含有するA剤と、下記一般式
(1)で表わされるイリドイド化合物と下記一般式



【式中、R₁は、-H、-CH₃、-COOH、-COO
A₁ (A₁: アルキル基)、-COOM (M: 塩形成性陽
イオン)、-COA₂ (A₂: アルキル基)、-CF₃又



【式中、R₁は、-H、-CH₃、-COOH、-COO
A₁ (A₁: アルキル基)、-COOM (M: 塩形成性陽
イオン)、-COA₂ (A₂: アルキル基)、-CF₃又
はハロゲンを示し、R₅は、-CH₃、-CHO又は-C
OOHを示し、R₆は、-H又は-COOA₁を示す]

【請求項3】 下記一般式(1)で表わされるイリドイ

ド系化合物と、アミノ酸及びアルコール類からなり、P
H6. 5~10. 0の範囲にあることを特徴とする一剤
型染毛剤組成物。

【化1】

(1)

はハロゲンを示し、R₂及びR₃は、-H又は-OHを示
し、R₄は、-CH₃又は-CH₂OHを示す]

【化2】

(2)

(2)で表わされるセコイリドイド化合物の中から選ば
れる少なくとも1種のイリドイド系化合物を含有するB
剤からなり、少なくともA剤及びB剤のいずれかにアル
コール類を含有し、毛髪上で混合した場合、PH6.
5~10. 0の範囲の混合溶液となることを特徴となる
二剤型染毛剤組成物。

【化1】

(1)

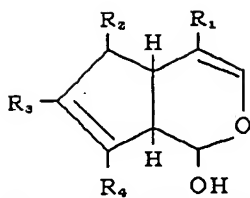
はハロゲンを示し、R₂及びR₃は、-H又は-OHを示
し、R₄は、-CH₃又は-CH₂OHを示す。]

【化2】

(2)

ド化合物及び下記一般式(2)で表わされるセコイリ
ド化合物の中から選ばれる少なくとも1種のイリドイ
ド系化合物及びアルコール類、或いは更にアミノ酸から
なり、PH6. 5~10. 0の範囲にあることを特徴と
する損傷毛髪の修復処理剤組成物。

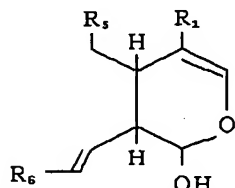
【化1】



(1)

〔式中、 R_1 は、 $-H$ 、 $-CH_3$ 、 $-COOH$ 、 $-COO A_1$ (A_1 : アルキル基)、 $-COOM$ (M : 塩形成性陽イオン)、 $-COA_2$ (A_2 : アルキル基)、 $-CF_3$ 又

はハロゲンを示し、 R_2 及び R_3 は、 $-H$ 又は $-OH$ を示し、 R_4 は、 $-CH_3$ 又は $-CH_2OH$ を示す〕
【化2】



(2)

〔式中、 R_1 は、 $-H$ 、 $-CH_3$ 、 $-COOH$ 、 $-COO A_1$ (A_1 : アルキル基)、 $-COOM$ (M : 塩形成性陽イオン)、 $-COA_2$ (A_2 : アルキル基)、 $-CF_3$ 又はハロゲンを示し、 R_5 は、 $-CH_3$ 、 $-CHO$ 又は $-COOH$ を示し、 R_6 は、 $-H$ 又は $-COOA_1$ を示す〕

【請求項4】 前記アミノ酸が、ロイシン、イソロイシン、メチオニン、アルギニン、塩酸リジン、フェニルアラニン、及びシスチンから選ばれる1種又は2種以上であることを特徴とする請求項1、2又は3記載の組成物。

【請求項5】 前記アルコールが、1, 3-プロパンジオール、ジエチレングリコール、イソブレングリコール、ヘキシレングリコール、エチルアルコール、ブチルアルコールから選ばれる1種又は2種以上であることを特徴とする請求項1、2又は3記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、人の毛髪の染毛剤組成物及び損傷毛髪の修復処理剤組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来の染毛料は、永久染毛料と一時染毛料に大別される。永久染毛料は、通常、染料前駆体、染料カップラー、酸化剤の3成分から構成される酸化染料をアルカリ領域に於いて毛髪中に浸透させ、毛髪内で酸化重合し、色素を生成させて毛髪を染色させるものである。この永久染毛料は、堅牢度の高い優れた染毛効果を与える反面その処理過程でアルカリ酸化反応によって毛髪を著しく傷めるという問題があった。一方、一時染毛料は、酸性色素等の色素を用い、毛髪に物理的に吸着させて染毛を行うものである。これらは、簡便に使用でき、毛髪を傷めることはないものの、その染毛効果が弱く、色持ちしないという不満があった。簡便に使用でき、毛髪を傷めることなしに、しかも永久染毛料と同等の染毛効果を有する染毛料は、いまだ実用化されていない。

い。

【0003】 特開昭52-53932号公報には、ゲンピンにグリシン、ロイシン、グルタミンを作用させてクチナシ青色色素を製造する方法が提案されている。また、特開平3-220115号公報によれば、イリドイド配糖体又はセコイリド配糖体を含有する組成物(A)と、これらの配糖体を加水分解し得る酵素を含有する組成物(B)との組合せからなる染毛化粧料が提案されている。この染毛化粧料は、その使用状態において、前記イリドイド系化合物の配糖体を酵素により加水分解させることから、染毛処理に長時間を有するという問題がある上、毛髪の染色色調はそのイリドイド系化合物の種類によって決まることから、所望する色調に応じてそのイリドイド系化合物の配糖体の種類を選ぶ必要があった。しかし、このようなイリドイド系化合物の配糖体は天然物であり、その価格が高いため、所望の染毛色調に応じた数多くの染毛化粧料を製品としてそろえることは非常に困難であり、実用的ではない。

【0004】 更に、特開平4-342518号公報には、クチナシ色素処理色素とアナトー抽出色素、ラック色素、ウコン色素等との組合せによる染毛剤が提案されている。更にまた特開平5-339134号公報、特開平6-56638号公報等には、イリドイド酸糖体アグリコンとアミノ酸を含有するPH4~6の染毛剤が提案がなされている。しかしこれら染毛剤は、シャンプー堅牢性、保存安定性等において満足し得るものではない。

【0005】

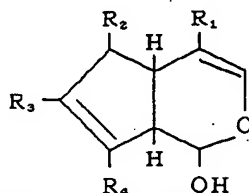
【発明が解決しようとする課題】 本発明は、従来のイリドイド化合物配合の染毛剤よりも著しくシャンプー堅牢性に優れかつ製剤の保存安定性に優れ、しかも、染毛処理時間も短い染毛処理剤組成物、及び損傷毛髪品の修復処理剤組成物を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、前記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、イリドイド化合物と

アミノ酸の反応色素が毛髪に強固に吸着すること、イリドイド化合物が損傷毛髪の修復に有効であること、かつ製造中での優れた安定性を確保するためには、反応物のPHを6.5～10に設定し、アルコール類を配合することにより、その結果を得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】即ち、本発明によれば、下記一般式(1)



〔式中、 R_1 は、 $-H$ 、 $-CH_3$ 、 $-COOH$ 、 $-COOA_1$ (A_1 : アルキル基)、 $-COOM$ (M : 塩形成性陽イオン)、 $-COA_2$ (A_2 : アルキル基)、 $-CF_3$ 又

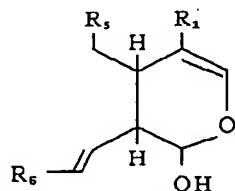
で表わされるイリドイド化合物及び下記一般式(2)で表わされるセコイリドイド化合物の中から選ばれる少なくとも1種のイリドイド系化合物と、アミノ酸及びアルコール類からなり、PH6.5～10.0の範囲にあることを特徴とする一剤型染毛剤組成物が提供される。

【化1】

(1)

はハロゲンを示し、 R_2 及び R_3 は、 $-H$ 又は $-OH$ を示し、 R_4 は、 $-CH_3$ 又は $-CH_2OH$ を示す]

【化2】



(2)

〔式中、 R_1 は、 $-H$ 、 $-CH_3$ 、 $-COOH$ 、 $-COOA_1$ (A_1 : アルキル基)、 $-COOM$ (M : 塩形成性陽イオン)、 $-COA_2$ (A_2 : アルキル基)、 $-CF_3$ 又はハロゲンを示し、 R_5 は、 $-CH_3$ 、 $-CHO$ 又は $-COOH$ を示し、 R_6 は、 $-H$ 又は $-COOA_1$ を示す]

【0008】また、本発明によれば、アミノ酸を含有するA剤と、前記一般式(1)で表わされるイリドイド化合物と前記一般式(2)で表わされるセコイリドイド化合物の中から選ばれる少なくとも1種のイリドイド系化合物を含有するB剤からなり、少なくともA剤及びB剤のいずれかにアルコール類を含有し、毛髪上で混合した場合、PH6.5～10.0の範囲の混合溶液となることを特徴とする二剤型染毛剤組成物が提供される。

【0009】さらに、本発明によれば、前記一般式

(1)で表わされるイリドイド化合物及び前記一般式

(2)で表わされるセコイリドイド化合物の中から選ばれる少なくとも1種のイリドイド系化合物及びアルコール類、或いは更にアミノ酸からなり、PH6.5～10.0の範囲にあることを特徴とする損傷毛髪の修復処理剤組成物が提供される。

【0010】更にまた、本発明によれば、前記アミノ酸が、ロイシン、イソロイシン、メチオニン、アルギニン、塩酸リジン、フェニルアラニン、及びシスチンから選ばれる1種又は2種以上であること、或いは、前記アルコールが、1,3-プロパンジオール、ジエチレング

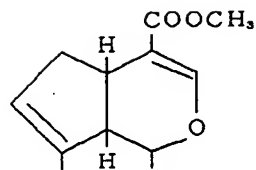
リコール、イソブレングリコール、ヘキシレングリコール、エチルアルコール、ブチルアルコールから選ばれた1種又は2種以上であることを特徴とする前記各組成物が提供される。

【0011】以下、本発明を更に詳細に説明する。本発明で用いるイリドイド化合物及びセコイリドイド化合物(本明細書ではこれらをイリドイド系化合物と言う)

は、植物の果実等から抽出分離したイリドイド系化合物の配糖体を酵素(β -グリコシダーゼ)や酸で加水分解することにより得ることができる。また、このようにして得られた配糖体のアグリコンであるイリドイド系化合物を原料とし、これを反応処理することにより種々のイリドイド系化合物を得ることができる。また、本発明で用いるイリドイド化合物は、天然物から得られたイリドイド系化合物を原料として用い、これを反応処理することにより各種の置換基を有するイリドイド系化合物を得ることができる。さらに、本発明のイリドイド化合物は、合成法によって合成されたものであることができる。

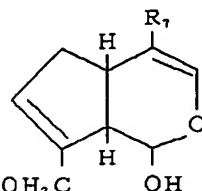
【0012】本発明で用いるイリドイド化合物は、好ましくはゲニピンであることができる。このゲニピンは、クチナシ果実を原料として得られるイリドイド化合物で、次の構造式(3)で表わされるものである。

【化3】



(3)

【0013】本発明で用いる他の好ましいイリドイド化合物は、下記一般式(4)で表わされるゲニピン誘導体

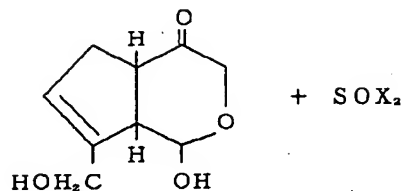


(4)

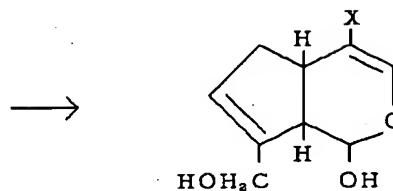
【式中、 R_7 は $-\text{COOH}$ 、 $-\text{COOM}$ (M : 塩形成性陽イオン)、 $-\text{COA}_2$ (A_2 : アルキル基)、 $-\text{COOA}_3$ (A_3 : 炭素数2以上のアルキル基)、 $-\text{CF}_3$ 又はハロゲン原子を示す]

【0014】前記一般式(4)で表わされるゲニピン誘導体は、構造式(3)で表わされるゲニピンを反応処理することによって得ることができる。例えば、一般式(4)において、 R_7 が COOH であるゲニピン酸は、ゲニピンの COOCH_3 基を加水分解することにより得ることができ、 R_7 が COOM であるゲニピン酸塩は、ゲニピンから誘導されるゲニピン酸を無機又は有機塩基を用いて中和することによって得ることができる。 R_7 が COOA_3 であるゲニピン酸エステルは、ゲニピンをアルコールとエステル交換反応させることによって又はゲニピン酸をアルコールとエステル化反応させることによって得ることができる。 R_7 が COA_2 である化合物は、例えば、ゲニピン酸とグリニヤール試薬を反応させた後、得られた生成物を塩化アンモニウム処理することによって得ることができる。 R_7 がハロゲン原子である化合物は、次の反応によって得ることができる。

【化5】



(5)



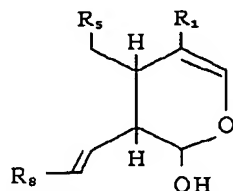
(6)

(前記式中、 X はハロゲン原子を示す。)

イリドイド化合物(5)は、シソ科に属するチクマハッカの成分である。ネペタラクドン (nepetalactone) より誘導することができる。 R_7 が CF_3 である化合物は、前記の反応で得られた化合物(6) (メニ塩素) にパーフルオロメチレンクロライドを光照射下でラジカル反応させることによって得ることができる。

【0015】本発明で用いる一般式(1)のイリドイド化合物において、 R_1 が H である化合物は、アウクビンのアグリコンより常法の反応により誘導することができる。 R_1 が CH_3 である化合物は、一般式(6)の化合物をグリニヤール反応でメチル化することにより得ることができる。 R_1 が $-\text{COOH}$ 、 $-\text{COOM}$ 、 $-\text{COOA}_1$ 又は $-\text{COA}_2$ である化合物は、前記したようにゲニピンから誘導することができる。 R_2 が $-\text{OH}$ である化合物は、カタルポール (Catalpol) より誘導することができる。 R_4 が $-\text{CH}_3$ である化合物はログニン (Loganin) より誘導することにより得ることができる。

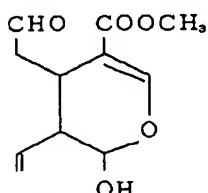
【0016】本発明で用いるセコイリド化合物は、前記一般式(4)のイリド化合物をその7, 8位のC-C結合を開裂することにより得られたものであるこ



(前記式中、 R_1 は前記と同じ意味を示し、 R_2 は-COOH、 R_3 は-COOCH₃を示す。)

【0017】本発明で用いるセコイリドは、下記一般式(8)で表わされるものであることができる。

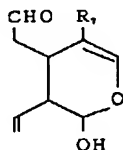
【化7】



(8)

このセコイリドは、セコロガニン (Secologanin) から得ることができる。また、このセコイリドを原料として用い、ゲニピンの場合と同様に反応処理することにより、下記一般式(9)で表わされるセコイリドを得ることができる。

【化8】



(9)

(式中、 R_1 は前記と同じ意味を有する)

【0018】本発明で用いる一般式(2)で表わされるセコイリドのうち、 R_5 がCHOであるものは、セコロガニンにより得ることができる。

【0019】前記した各種の置換基において、塩形成性陽イオンMとしては、従来公知の各種のものが用いられる。このようなものとしては、例えば、ナトリウムやカリウム等のアルカリ金属、置換又は未置換のアンモニウムが好ましく用いられる。置換アンモニウムとしては、各種有機塩基、例えば、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等のアルカノールアミンから誘導されたアンモニウムを挙げることができる。また、前記した A_1 、 A_2 のアルキル基としては、炭素数1~22のもの、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、オクチル基、ドデシル基、ステアシル基、オレイル基等を挙げることができる。

【0020】本発明で用いるアミノ酸としては、従来公知の各種のものをを用いることができる。アミノ酸の具体例としては、ロイシン、イソロイシン、メチオニン、グ

とができる。このようにして得られるセコイリド化合物は、次の一般式(7)で表わされる。

【化6】

(7)

リシン、シスチン、グルタチオン、フェニルアラニン、塩酸リジン、アルギニン等が挙げられる。

【0021】本発明で用いるアルコール類としては、1, 3-プロパンジオール、ジエチレングリコール、イソプロレングリコール、ヘキシレングリコール、ブチレングリコール、エチルアルコール、ブチルアルコール、グリセリン、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、エチレングリコール、メチルエーテル、エチレングリコールエチルエーテル等が挙げられる。

【0022】本発明の一剤型染毛剤組成物は、前記したイリド系化合物とアミノ酸とアルコール類を含有することを特徴し、かつ、これら成分を全て混合したとき、PHが6.5~10.0を示すことを特徴とする。この染毛剤組成物は、泡状、固体状、半固体状等の種々の形態であることができる。この染毛剤組成物の調製に際しては、イリド系化合物及びアミノ酸は、水や有機溶媒、水/有機溶媒混合物にあらかじめ溶解した溶液の形で用いるのが好ましい。この場合の有機溶媒としては、前記アルコール類や、ジメチルスルホキシド等が挙げられる。

【0023】前記液状(泡状を含む)の染毛剤組成物には、ヘアリキッド、ヘアセット剤、パーマメントウェーブ液、ヘアトニック、ヘアローション、ヘアスプレー、ヘアスタイリング、シャンプー、リンス、スタイリングフォーム、枝毛コート剤、ヘアミスト等が包含される。固体状又は半固体状(クリーム状を含む)の染毛剤組成物には、ヘアクリーム、ヘアステック、ヘアジェル等が包含される。これらの製品は従来公知の方法に従ってその製品形態に応じた適当な添加剤を配合することによって製造される。

【0024】染毛剤組成物中のイリド系化合物の含有量は、0.1重量%以上、通常、1~5重量%である。アミノ酸の含有量は、イリド系化合物1重量部に対し0.1~10重量部、好ましくは1~5重量部である。またアルコールの含有量は、10~90重量%である。

【0025】本発明の毛髪処理剤においては、必要に応じ、この種の染毛剤組成物に慣用の各種の補助添加剤を配合することができる。このようなものとしては、例えば、カチオン化セルロース(商品名:レオガードG)等のカチオン性高分子、メタクリル酸エステル共重合体

(商品名：ユカフォーマーAM-75-204)等の高分子、ポリビニルピロリドン、ビニルピロリドン/酢酸ビニル共重合体等のノニオン性高分子、ジメチルシリコン、アミノ変性シリコン、ポリエーテル変性シリコン等のシリコン油、POP・POEブチルエーテル、POPメチルグルコースエーテル、POEメチルグルコースエーテル等の親油性油剤、パラベン、グルコン酸クロルヘキシジン、トリクロサン等の殺菌防腐剤、1-メントール等の清涼感剤、ビタミン、生薬、アニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、溶剤、色素、香料等がある。

【0026】この一剤型染毛剤組成物を用いて毛髪を処理するに際し、その処理温度は常温又は30℃～80℃の加温であることができる。この染毛剤組成物を用いて毛髪を処理するときには、イリドイド系化合物は毛髪に対しグラフト重合反応し、イリドイド系化合物は毛髪に反応するとともに、それ自体で架橋構造を有する重合体を形成し、一方、アミノ酸はその毛髪にグラフト重合したイリドイド系化合物と反応する。そして、このようにして処理された毛髪は、イリドイド系化合物とアミノ酸による独自の染色色調を示す。また、この場合の毛髪の染色色調は、同一のイリドイド系化合物を用いても、そのアミノ酸の種類を変えることにより、各種の色調に変化させることができる。

【0027】本発明の二剤型染毛剤組成物は、アミノ酸を含有するA剤と、イリドイド系化合物を含有するB剤からなるものである。B剤中のイリドイド化合物の含有量は、0.1～20重量%、好ましくは1～10重量%である。A剤中のアミノ基含有化合物の含有量は、0.1～20重量%、好ましくは1～10重量%である。またアルコール類は、少なくともA剤又はB剤のいずれかに含有させることができるが、B剤に含有させることが好ましい。またその時のA剤のPHは1.5～10.0に調整することが好ましい。この際アルコール類の含有量は10～90重量%である。A剤及びB剤は、液状、固体状、半固体状等の各種の形態であることができ、A剤とB剤とは同一の形態であってもよく、また異なった形態であってもよい。これらのA剤及びB剤には、必要に応じ、前記した補助添加成分を配合することができる。

【0028】この二剤型染毛剤組成物を用いて毛髪を処理するには、まず、毛髪をA剤を用いて処理した後、次いでB剤を用いて処理する。処理温度は、いずれの処理においても、常温又は30～80℃の範囲の加温であることができる。このような処理においては、A剤の処理により、アミノ酸が毛髪内に浸透又は毛髪表面に付着し、B剤の処理により、イリドイド系化合物が毛髪とともにそのアミノ酸と反応し、毛髪はそのイリドイド系化合物とアミノ酸による特有の色調に染色される。また、

本発明の二剤型染毛剤組成物を用いて毛髪を処理する場合、A剤を用いる処理とB剤を用いる処理の順序は特に制約されず、B剤による処理の後にA剤による処理を行うことができる。

【0029】本発明の染毛剤組成物において、そのイリドイド系化合物は毛髪に対してグラフト重合反応を示すことから、本発明の染毛剤組成物は、パーマ処理により損傷した毛髪に対する修復剤として適用することができる。この場合、染毛剤組成物は毛髪修復のために用いられることからアミノ酸は省略することができる。本発明の毛髪処理剤を毛髪の損傷修復剤として適用する場合、その処理剤中のイリドイド系化合物の含有量は、0.1～20重量%、好ましくは0.5～10重量%の範囲に規定するのがよく、またアルコール類の含有量は、10～90重量%、好ましくは30～80重量%である。

【0030】

【発明の効果】本発明の染毛剤組成物は、アルコール類を混合すること、及びPHを6.5から10に調節することにより、従来のイリドイド系化合物とアミノ酸を含有する染毛剤組成物に比較して、優れた染毛性、カール保持性、毛髪に対する無損傷性、損傷修復性及びシャンプー堅牢性に優れ、さらに製剤性にも優れた染毛剤組成物が提供できるという大きな効果がある。本発明の染毛剤組成物は、人の毛髪に対して適用される他、犬や猫等の動物の毛髪に対しても適用することができる。

【0031】

【実施例】次に実施例及び比較例によって本発明をさらに詳細に説明する。なお、組成物の性能は、以下の方法により評価した。

(1) 無損傷度試験；毛髪処理剤で処理した人毛髪サンプル1本の破断強度を引っ張り強度試験機(東洋ボールドイン社製)を用い、25℃、65%RHの恒温恒湿室において測定した。各サンプル10本について測定した破断強度を未処理毛のそれと比較して、以下の基準により評価した。

○：未処理毛とほぼ同等の破断強度

△：未処理毛に比べ破断強度低下

×：未処理毛に比べ有意に破断強度低下

(2) 損傷修復度試験；コールドパーマ処理を施した人毛髪を用い、これに各染毛処理を行ったサンプルについて水中に1時間浸漬させた後の毛髪径の増加率(膨潤度)を顕微鏡を用いて測定した。各サンプル10本について測定した膨潤度を未処理毛(通常毛)及びコールドパーマ処理毛のそれと比較して、以下の基準により評価した。

○：未処理毛とほぼ同等の膨潤度(14%以下)；損傷修復効果あり

△：未処理毛より大きく、コールドパーマ処理毛より小さい膨潤度(19%以下15%以上)；やや損傷修復効果あり

×：コールドパーマ処理毛とほぼ同等の膨潤度（20%以上）；損傷修復効果なし

(3) カール保持力

長さ20cm、重量1.5gの毛束を水でぬらしてロッドに巻き、70°で2時間乾燥させる。乾燥後、カールについた毛束からロッドを外してあらかじめ調整した各試料の10%希釈溶液を均一に塗布し、さらに自然乾燥させる。この毛束を25°-相対湿度90%の高湿度下に吊るし、カールの伸び具合を測定する。この場合の評価には、高湿度下に吊るした直後の毛束の鉛直方向の長さをa、カールをつける前の元の毛束の長さをb、高湿度下に吊るしてから1時間後の毛束の鉛直方向の長さをcとし、次式によって求めた伸び率z(%)を用い、これをカール保持力とした。

$$z = \frac{b-c}{b-a} \times 100$$

【0032】実施例1

表1及び2に記載した配合組成のヘアムース剤を調整し、それぞれ前記の方法を用いて性能評価を行なった。その結果を表1及び2に併記する。なお、表中の成分の配合量は重量%で表わす。また表1のヘアムース剤はPH7.0に調整をした。pH調整には、塩酸、クエン酸及びトリエタノールアミンを用いた。

【0033】

【表1】

	実施例			比較例			実施例			
サンプルNo.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
pH	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
ゲンピン	0.5			0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
ゲンピン酸		0.5								
ゲンボシド			0.5							
フェニルアラニン	5									
成アルギニン		5				5	5	5	5	5
イソロイシン			5							
分セリン				5						
グリシン					5					
イソブレングリコール	5	5	5	-	-	-	5			
ヘキシレングリコール								5		
ジエチレングリコール									5	
エタノール										5
精製水	←			→ バランス			→			
効無損傷度試験	○	○	○	△	△	△	○	○	○	○
損傷修復度試験	○	○	○	△	△	△	○	○	○	○
果カール保持力	70	71	72	65	63	64	73	70	73	72
総合評価	○	○	○	×	×	×	○	○	○	○

【0034】

【表2】

	比較例					実施例					比較例					実施例					比較例
サンプルNo.	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24		25	26	27	28	29	30
PH	2	3	4	5	6	6.8	7	8	9	10	2	3	4	5	6	6.8	7	8	9	10	11
ゲニピン酸	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1											
ゲニピン											1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
フェニルアラニン	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3											
アルギニン											3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
ヘキシレングリコール										2											
イソプレングリコール										0.5											
エタノール										15											
POE (30)										1											
ステアシルエーテル																					
プロモイスWK										0.8											
香料										0.1											
精製水											バランス										
無損傷度試験	×	×	△	△	△	○	○	○	○	○	△	△	△	△	△	○	○	○	○	○	△
損傷修復度試験	×	×	△	△	△	○	○	○	○	○	△	△	△	△	△	○	○	○	○	○	△
果カール保持力	63	66	65	64	64	70	80	81	79	75	61	62	64	63	65	70	72	78	73	77	69
総合評価	×	×	×	×	×	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	○	○	○	○	○	×

【0035】実施例2～8

実施例2～8は全てpHを7.0に調整した。

【0036】実施例2

下記に示されるクリームを調製し、毛束に対し実施例1と同様の処理を行ったところ染毛性能、シャンプー堅牢性、製剤安定性はいずれも良好であった。

(重量%)

ゲニピン	0.5
スクワラン	20.0
モンモリロナイト	1.0
セトステアシルアルコール	8.0
POE (30) ステアシルエーテル	1.0
プロピレングリコール	5.0
香料	0.4
エタノール	20.0
精製水	バランス

【0037】実施例3

下記に示されるA剤を寝ぐせ直し剤、B剤を泡状セット剤として、それぞれ調製した。これらのA剤及びB剤のそれぞれを噴射剤 (LPG) とともにエアゾール缶に充

填した (原液/噴射剤重量比=92/8)。毛束に対し、これらのエアゾール缶を用いるA剤処理及びB剤処理を順次行ったところ、染毛性能、シャンプー堅牢性、製剤安定性はいずれも良好であった。

〔A剤〕

(重量%)

アルギニン	3.0
クエン酸	0.3
POE (30) ステアシルエーテル	0.4
アミドアミン	0.2
カチオン化セルロース	0.3
イソプレングリコール	1.0
トリエタノールアミン	適量
香料	0.3
エタノール	20.0
精製水	バランス

〔B剤〕

(重量%)

ゲニピン	5.0
POE (27) グリセリルエーテル	10.0
POE (30) ステアリルエーテル	0.3
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	0.2
カチオン化セルロース	0.3
ポリメタクリル酸エステル	0.3
香料	0.2
エタノール	25.0
精製水	バランス

【0038】実施例4

下記に示されるA剤をトニック、B剤を泡状枝毛コート剤として、それぞれ調製した。これらのA剤及びB剤を

用いた以外は実施例3と同様の実験を行ったところ、染毛性能、シャンプー堅牢性、無損傷度及び損傷修復度はいずれも良好であった。

〔A剤〕		(重量%)
PCA-Na		3.0
クエン酸		0.3
1-メントール		0.1
イソプロピルメチルフェノール		0.1
香料		0.3
ヘキシレングリコール		2.0
エタノール		30.0
精製水		バランス
〔B剤〕		(重量%)
ゲニピン		3.0
ヤシ脂肪酸ジエタノールアミド		0.3
ジメチルシリコン (SH200-30 CS)		7.0
ジメチルシリコン (SH200-100,000 CS)		3.0
POE (30) ステアリルエーテル		0.3
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム		0.2
香料		0.2
黒色401号		0.003
紫色401号		0.001
グリセリン		0.5
エタノール		25.0
精製水		バランス

【0039】実施例5

下記に示されるジェル剤を調製し、毛束に対し実施例3と同様の処理を行ったところ、染毛性能に関しては、処

理時間の経過とともに、徐々に染毛効果が発現して良好な染毛が得られ、シャンプー堅牢性、無損傷度及び損傷修復度はいずれも良好であった。

		(重量%)
グリシン		3.0
ゲニピン		5.0
ヒドロキシプロピルセルロース		1.0
カチオン化セルロース		0.3
ジプロピレングリコール		2.0
ユカフォーマ201		1.0
クエン酸		0.2
エチルアルコール		60.0
香料		0.5
精製水		バランス

【0040】実施例6

下記に示されたヘアムースを調整、毛束に対し実施例1

と同様の処理を行なったところ、染毛性能、シャンプー堅牢性、製剤安定性はいずれも良好であった。

	(重量%)
ゲニピン液	10
フェリルアラニン	5
ヘキシレングリコール	2
プロモイスE	1
プロモイスW	1
メチルポリシクナサン (10万)	4.5
〃 (30cs)	2.5
POE (30) ステアリルユーテル	0.4
ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド	0.3
ユカフォーマ 301	0.9
香料	0.1
エタノール	20
トリエタノールアミン	適量
精製水	バランス

【0041】実施例7

下記に示されたヘアジェルを調整し、毛束に対して実施

例1同様の処理を行なったところ、染毛性能、シャンプー堅牢性、製剤安定性はいずれも良好であった。

	(重量%)
ゲニピン液 (AI=40%)	20
塩酸ピリトキシ	5
ヒドロキシプロピルセルロース	0.5
ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.5
カルボール 940	0.5
トリエタノールアミン	0.25
ジエチレングリコール	1
エタノール	20
メチルパラベン	0.1
精製水	残

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.